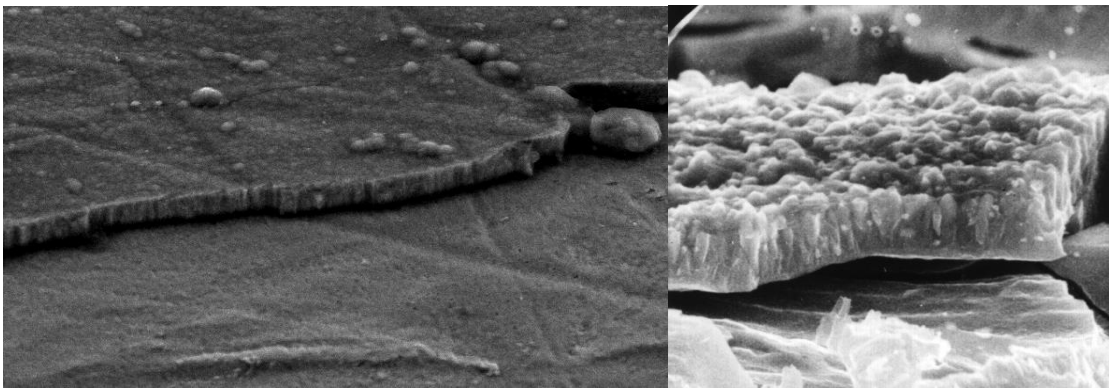


5. VEŽBA - ADHEZIJA PREVLAKA

Elementi na koje se nanose tvrde prevlake najčešće su izloženi visokim opterećenjima i temperaturama koji izazivaju degradaciju osobina međupovršine prevlake i podloge, oštećenje prevlake i odvajanje prevlake od osnovnog materijala. Osnovni faktor koji utiče na otpornost prevlake pri navedenim uslovima je adhezija između prevlake i podloge, koja predstavlja najvažniju osobinu svake tvrde prevlake. Adhezija predstavlja silu koja deluje između raznorodnih materijala, u ovom slučaju materijala prevlake i materijala podloge, koji su dovedeni na međuatomsko rastojanje ih drže u celini.

Prevlaka odgovara nekoj primeni ako su zadovoljene njene funkcionalne osobine i adhezija. Bez adekvatne adhezije nijedna funkcionalna prednost prevlake ne može se garantovati. Na slici 5.1 dat je primer odljuskane prevlake, bez obzira što poseduje dobre ostale osobine ukoliko se odvoji od supstrata prevlaka postaje neupotrebljiva.



Slika 5.1 Primer odvojene (odljuskane, delaminirane) prevlake (1)

Adheziju prevlaka delimo na (2):

Fundamentalnu (baznu) adheziju – sila koja deluje između dva materijala u kontaktu (čvrstoća veze na interfejsu);

Praktičnu adheziju – eksperimentalno dobijena (merena) vrednost adhezije.

Praktična adhezija vezana je sa baznom adhezijom preko sledećeg izraza:

$$EA = BA \pm EXT \pm INT \dots \dots \dots (5.0.1)$$

gde su:

EA – eksperimentalno dobijena vrednost adhezije,

BA – fundamentalna adhezija čiju vrednost težimo odrediti,

EXT – odstupanje merene od stvarne vrednosti do kog su doveli spoljni faktori: uređaj, izvođenje eksperimenta, uticaji okoline i drugi,

INT - odstupanje izmerene od stvarne vrednosti adhezije nastalo pod uticajem ostalih osobina prevlake i podloge: debljina i hrapavost prevlake, zaostali naponi, tvrdoća prevlake i podloge i druge.

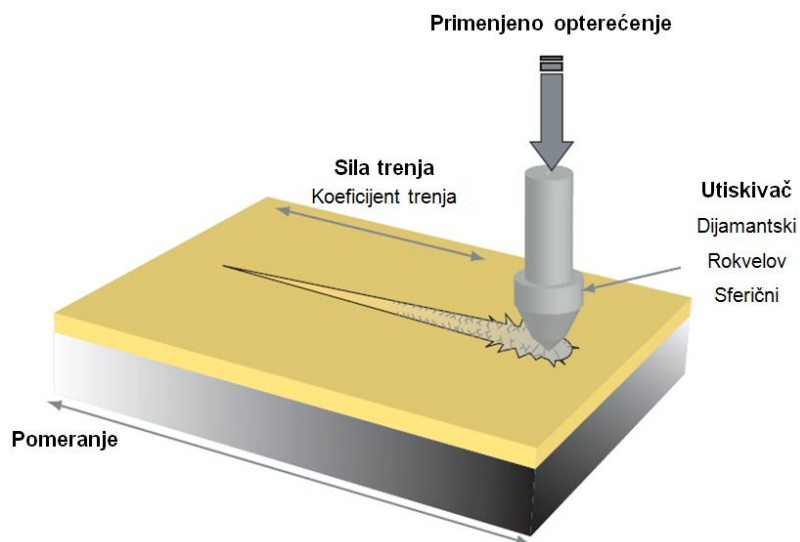
Trenutno ne postoji univerzalni test za određivanje adhezije koji se može primeniti za sve vrste prevlaka (tvrde prevlake, metalne prevlake, polimerne prevlake i druge). Za određivanje adhezije tvrdih prevlaka koriste se sledeće metode nabrojane na slici 5.2

Zaparavanje (scratch test)	Savijanje u četiri tačke (four-point bending test)	Udarni test (impact test)	Kavitacioni test (cavitation test)	Ispitivanje laserom (laser shock test)
Direktno odvajanje prevlake	Test na smicanje	Testovi otvaranja prsline	Površinski akustični talasi (surface acoustic waves)	Ispitivanje inercijalnim silama (body-force test)

Slika 5.2 Postupci ispitivanja adhezije prevlaka

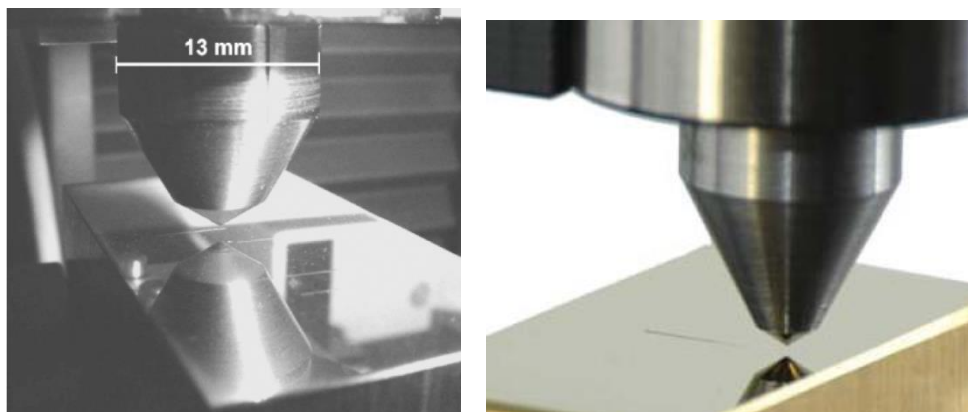
TEST ZAPARAVANJA (SCRATCH TEST)

Test zaparavanja se izvodi tako što se utiskivač sa dijamantskim vrhom (*Rokvel*) povlači preko površine uzorka sa prevlakom pri čemu se dejstvuje normalnom silom na prevlaku slika 5.3 . U toku ispitivanja dolazi do nastanka niza oštećenja na površini prevlake, meri se više vrsta parametara (signala) u ovom procesu a nakon testa se vrši pregled tragova zaparavanja (optičkim mikroskopom) i ocenjuje se adhezija prevlake. Za ispitivanja se primenjuju konstantne ili rastuće sile zaparavanja i najčešće se koristi „*Rokvelov C*“ dijamantski utiskivač sa radijusom vrha od 200 μm (Slika 5.4). Ovim utiskivačem mogu se ispitivati prevlake debljine 0.1 – 30 μm .

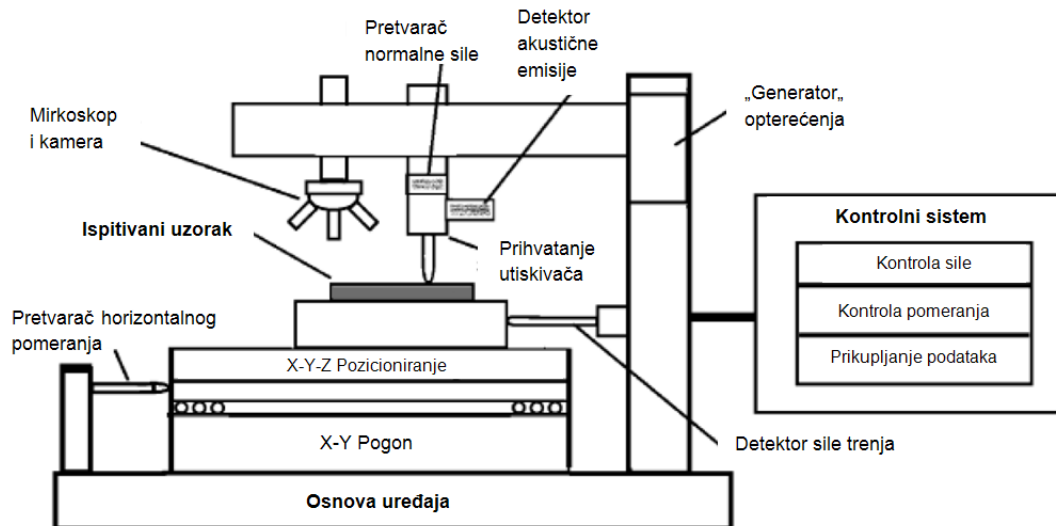


Slika 5.3 Šema ispitivanja metodom zaparavanja (3)

Zbog svoje jednostavnosti, brzine i dostupnosti, od svih nabrojanih metoda, za određivanje adhezije najviše se koristi test zaparavanja – (eng. *scratch test*). O širini primene svedoči i činjenica da je test standardizovan evropskim i američkim normama (DIN EN 1071-3:2005, ASTM C1624-05). Šema uređaja za ispitivanje adhezije prema standardu ASTM C 1624 data je na slici 5.5 .



Slika 5.4 Dijamantski utiskivač prilikom ispitivanja adhezije sa testom zaparavanja (3)



Slika 5.5 Šema uređaja za ispitivanje adhezije prevlaka zaparavanjem, Scratch tester (2)

Tokom ispitivanja zaparavanjem detektuju se normalna sila, dubina prodiranja utiskivača, akustična emisija i sila trenja. Detektor akustičnog signala se postavlja iznad dijamantskog utiskivača i registruje vibracije (akustičnu emisiju) koje nastaju pri pojavi oštećenja. Pored akustičnog senzora, *scratch-test* uređaji imaju davače koji registruju silu trenja.

Pri kretanju utiskivača po uzorku dolazi do stvaranja različitih oštećenja u zavisnosti od veličine primenjene sile. Najmanja vrednost normalne sile (F_N) koja dovodi do pojave oštećenja naziva se kritičnom silom i označava sa (L_C). Najčešće se detektuju tri vrednosti kritične sile:

- L_{C1} - predstavlja veličinu opterećenja pri kome se pojavljuju prve pukotine u prevlaci, uglavnom je reč o poprečnim pukotinama duž bočnih strana stvorenih brazdi;
- L_{C2} - predstavlja silu pri kojoj dolazi do prve pojave odvajanja prevlake od podloge;
- L_{C3} - predstavlja silu pri kojoj dolazi do potpunog odvajanja prevlake sa podloge.

Vrednost kritične sile može se odrediti:

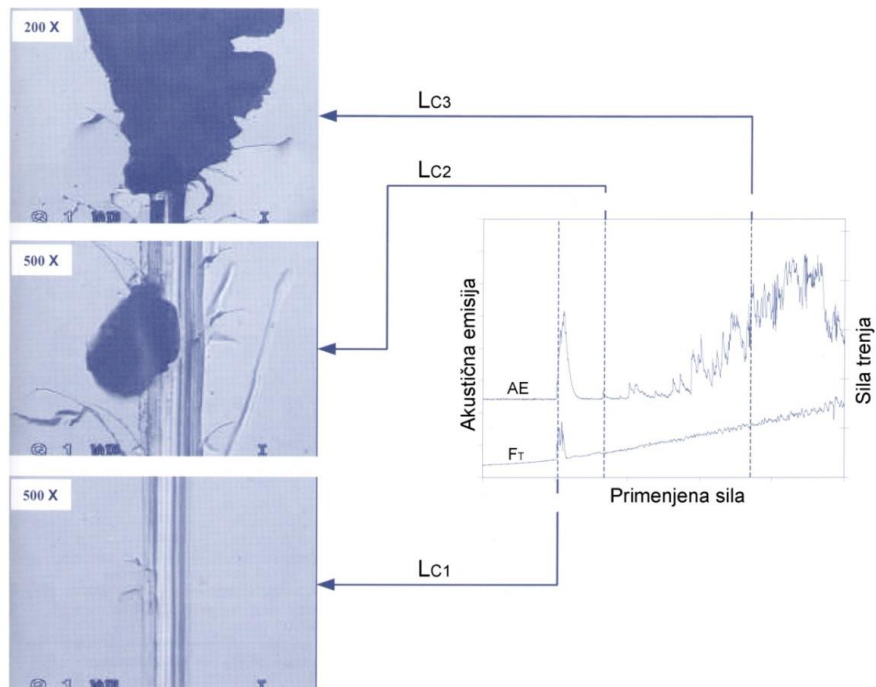
- mikroskopskim posmatranjem uzorka,
- na osnovu varijacije signala akustične emisije,
- na osnovu varijacije sile trenja i
- na osnovu varijacije dubine prodiranja utiskivača za ispitivanje.

Pojava akustičnih signala označava početak kohezionih pukotina unutar materijala prevlake odnosno između zrna ili stubića prevlake (L_{C1}). Početak adhezivnog otkaza (delaminacije) se registruje intenzivnijim akustičnim odzivom. Opterećenje kojim u tom trenutku utiskivač deluje na prevlaku označava kritičnu silu (L_{C2}) koja karakteriše adhezivnu čvrstoću prevlake i podloge. Rast akustične emisije i koeficijenta trenja i dostizanje njihovih maksimalnih vrednosti ukazuje na potpuno odvajanje prevlake sa podloge (L_{C3}).

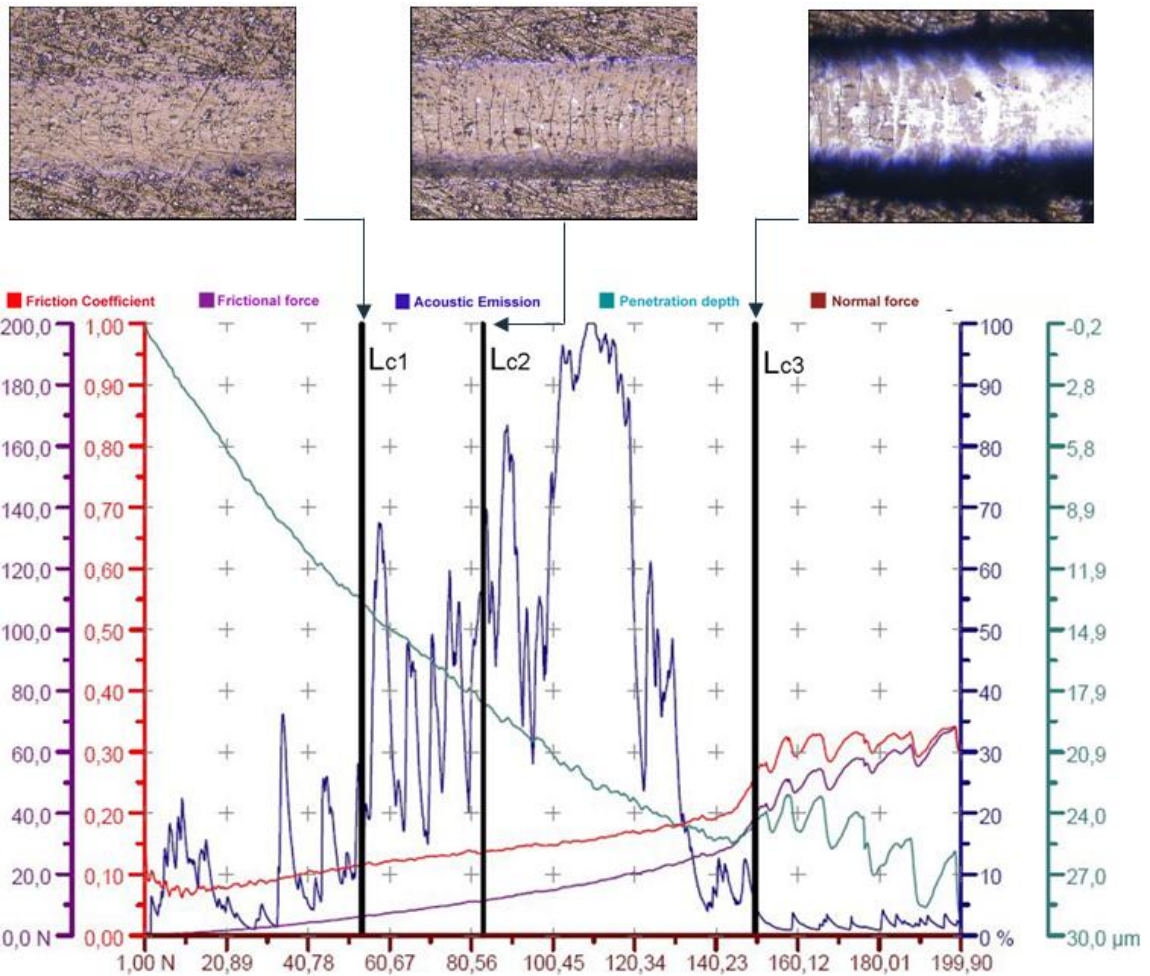
Bolja slika o vrednosti adhezije dobija se kombinovanim načinom određivanja kritične sile. Kombinacija mikroskopskog posmatranja traga habanja i odziva dobijenih akustičnim i sensorima za trenje povećava preciznost određivanja trenutka adhezivnog otkaza filma.

Primeri prikazivanja rezultata dobijenih metodom zaparavanja prikazani su na slikama 5.6 , 5.7 i 5.8 . Slike istovremeno predstavljaju primere određivanja vrednosti kritične sile. Prikazane su slike dobijene

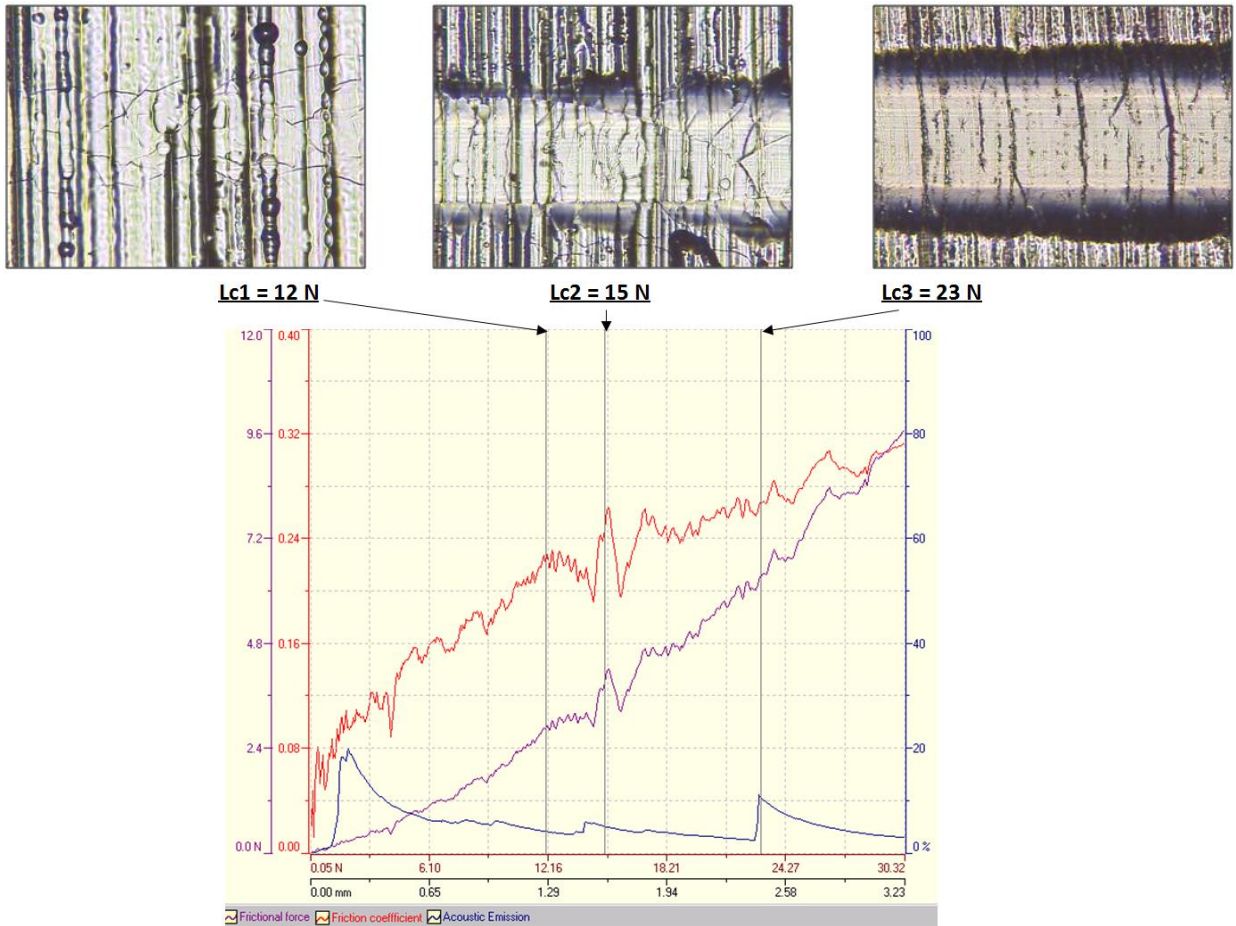
pomoću optičkog mikroskopa, kao i dijagram promene detektovanih vrednosti akustične emisije i sile trenja od primenjene normalne sile.



Slika 5.6 Tipični prikaz rezultata dobijenih metodom zaparavanja (3)

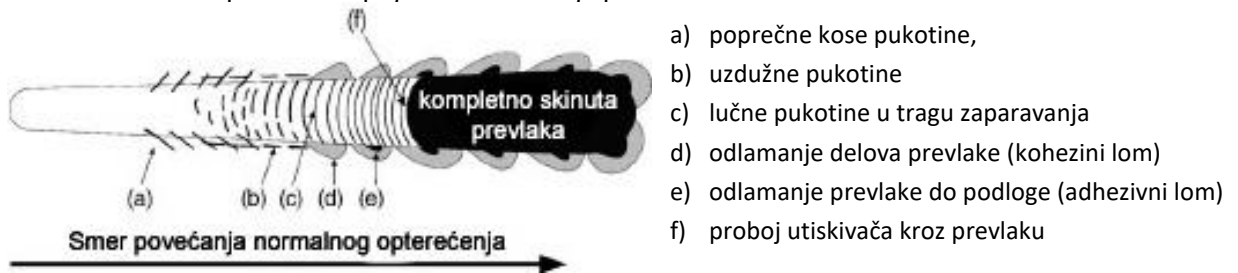


Slika 5.7 Primer određivanja kritične sile na TiN prevlaci (4)



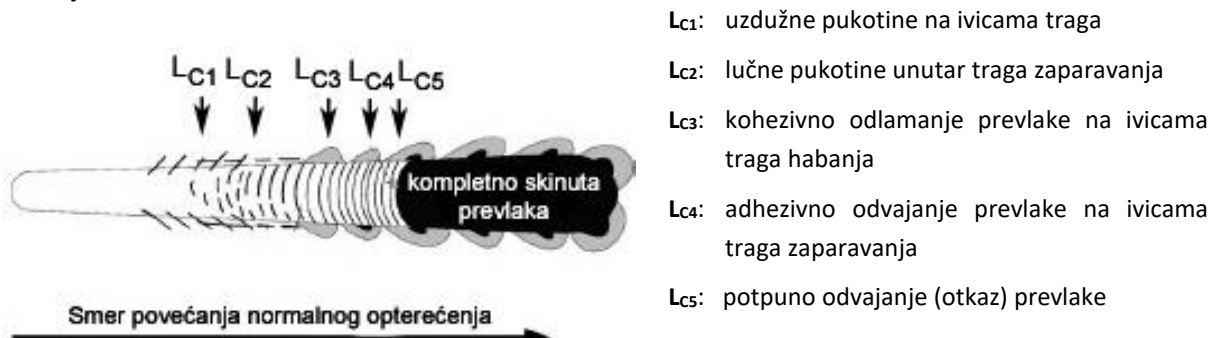
Slika 5.8 Primer određivanja kritične sile na CrN prevlaci (3)

U tragovima zaparavanja javlja se čitav niz različitih oštećenja prevlake a koji su šematski prikazani na slici 5.9 a mikroskopski snimci pojedinih oštećenja prikazani su na slici 5.11.

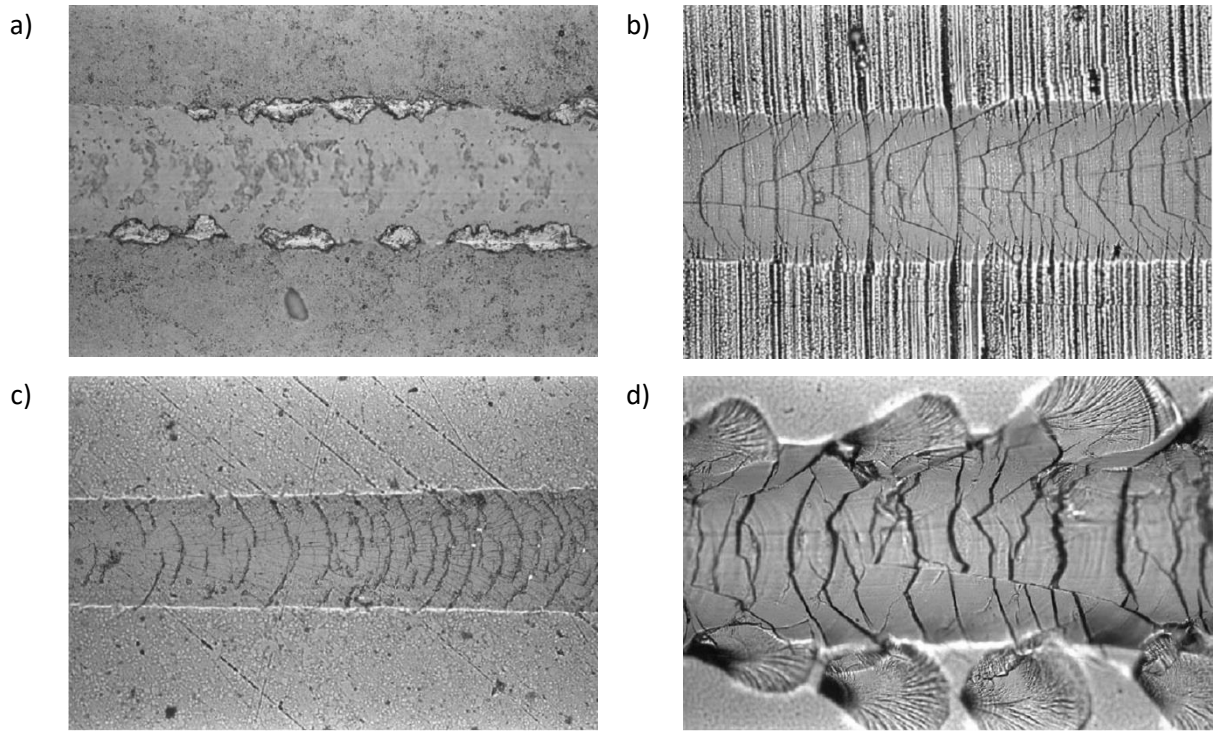


Slika 5.9 Mehanizmi loma pri ispitivanju zaparavljem (1)

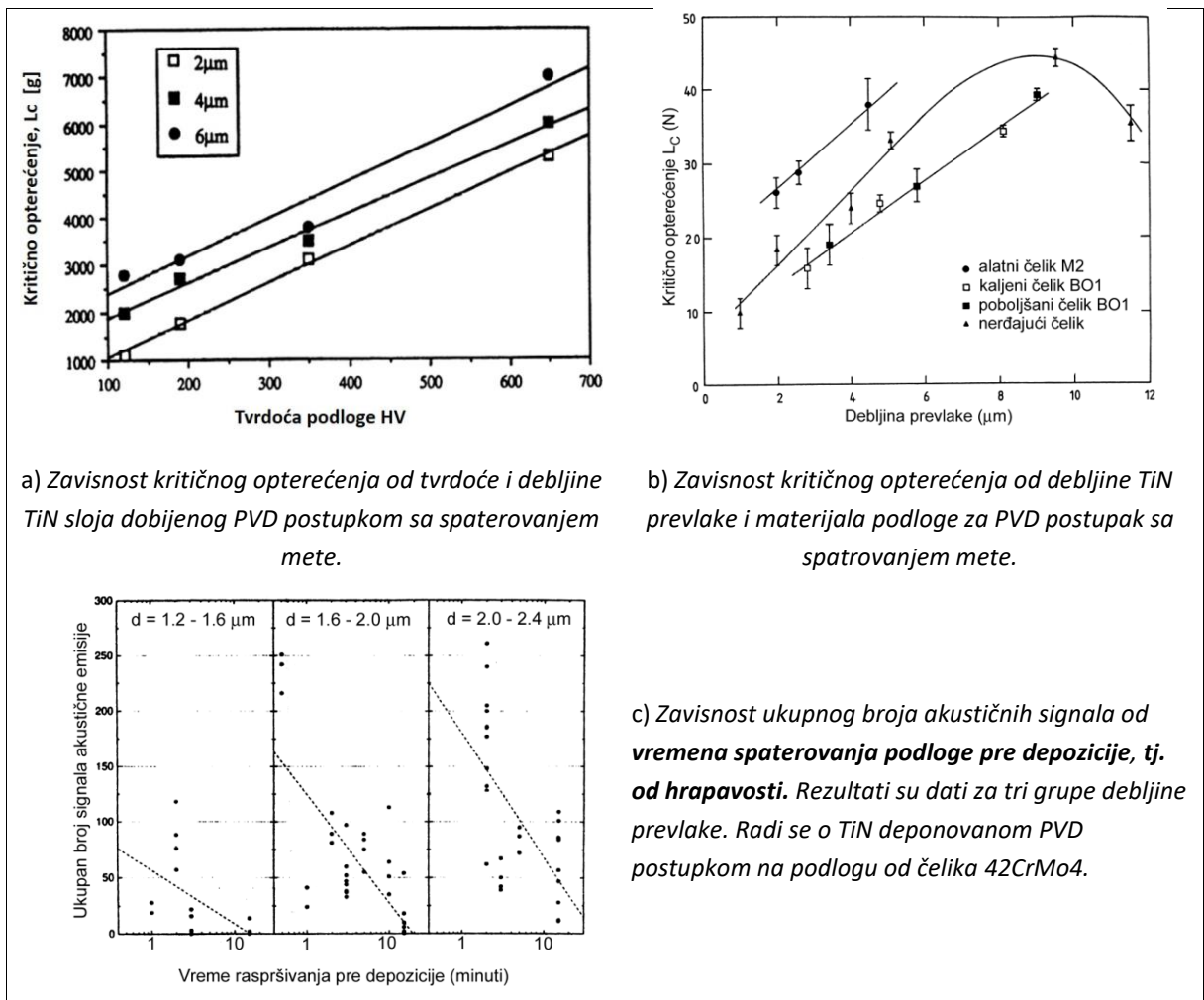
Ponekad se definiše veći broj kritičnih sila od tri, tačnije detektuju se i dodatne sile Lc_4 i Lc_5 . U tom slučaju kritične sile se definišu kao na slici 5.10.



Slika 5.10 Definicija kritičnih sila u slučaju definisanja oštećenja sa pet kritičnih sila



Slika 5.11 SEM snimci: a) potpunog odlamanja prevlake na ivicama traga zaparavanja; b) poprečne pukotine „V“ oblika unutar traga; c) poprečne pukotine nastale usled „ispupčenja“prevlake; d) kohezivno odlamanje prevlake na ivicama traga habanja

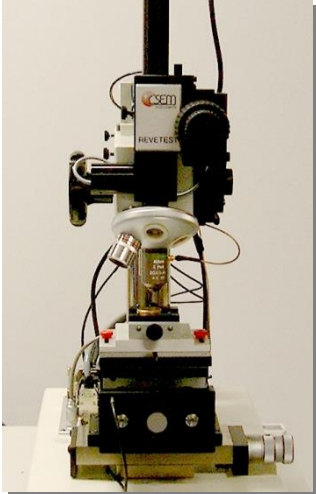




Slika 5.12 Uticaj pojedinih osobina na vrednosti kričnih opterećenja (bilo kojeg) koje se meri prilikom testa zaparavanja

Nastala oštećenja tokom testa ne zavise samo od vrednosti adhezije, već značajno utiču i osobine prevlake i podloge: hrapavost prevlake, koeficijent trenja, tvrdoća i debljina prevlake, hrapavost podloge, zaostali naponi, žilavost (Slika 5.12). Iako metoda zaparavanja daje i brojčane vrednosti rezultati ove metode su kvalitativnog karaktera. Direktno poređenje različitih prevlaka može se izvršiti samo ako one imaju iste debljine, ako su nanosene na podloge iste tvrdoće i iste hrapavosti. Osim toga ispitivanja za poređenje se moraju izvesti sa indentičnim parametrima ispitivanja (sila, brzina kretanja) i sa utiskivačima iste vrste i istim geometrijskim karakteristikama (radijus vrha μm).

Sa povećanjem **hrapavosti prevlake** opada vrednost izmerenog kritičnog opterećenja. Povećanje **unutrašnjih napona** po pravilu umanjuje kritičnu silu, bez obzira na znak napona, pošto se na interfejsu akumulira deformaciona energija koja umanjuje neophodan unos deformacione energije preko utiskivača da bi došlo do odvajanja. U literaturi se navodi da za **koeficijent trenja** između utiskivača i prevlake od $\mu > 0.25$ dolazi do znatne delaminacije. Što je veći koeficijent trenja, manja je kritična sila za odvajanje prevlake.

Za ispitivanje adhezije metodom zaparavanja koriste se sledeći uređaji: revetest, uređaj za mikro zaparavanja (*micro scratch tester*) i uređaj za nano zaparavanja (*nano scratch tester*), Slika 5.13.

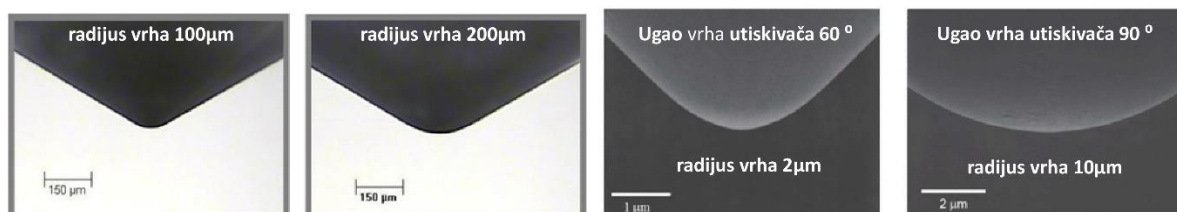
Revetest	Micro scratch tester	Nano scratch tester
		
1 to 200N	50mN to 30N	10μN to 1N
Rockwell C Diamond Radius utiskivača 10, 20, 50, 100, 200, 400, 800 μm Utiskivač od tvrdog metala je radiusa 10 μm	Rockwell C Diamond Tip radius 10, 20, 50, 100, 200, 400, 800 μm Hard Metal Tip Tip radius 10 μm	Spherical Diamond Tip radius 1, 2, 5, 10, 20 μm ($\alpha=90^\circ$ or 60°)

Slika 5.13 Uređaji firme „CSM“ koji se koriste za određivanje adhezije metodom zaparavanja

Tabela 5.1 Geometrijski parametri utiskivača za testove zaparavanja

Radius μ	Ugao vrha utiskivača
1 do 200	90 °
100 do 800	120 °

Najčešće se koristi *Rockwell C* utiskivač sa radiusom od 200 μm međutim u zavisnosti od primenjenog uređaja taj utiskivač može da bude različitih geometrijskih karakteristika koji su dati u tabeli 5.1 i prikazani na slici 5.14 .

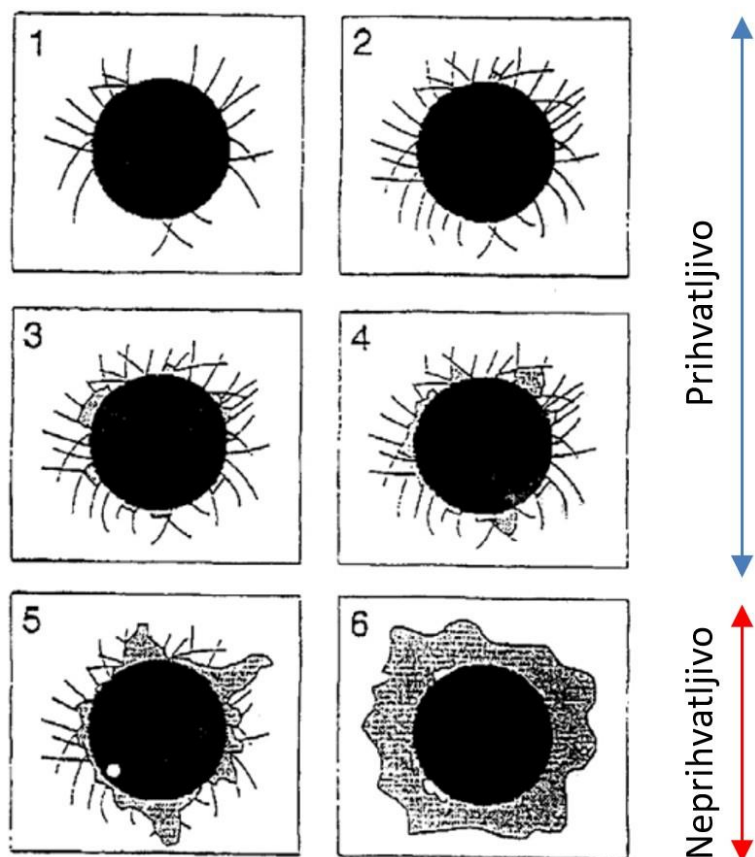


Slika 5.14 SEM snimci utiskivača, levo - geometrija vrha utiskivača koji se koristi kod revettest i mikro uređaja; desno - geometrija vrha utiskivača koji se koristi kod nano-scratch uređaja

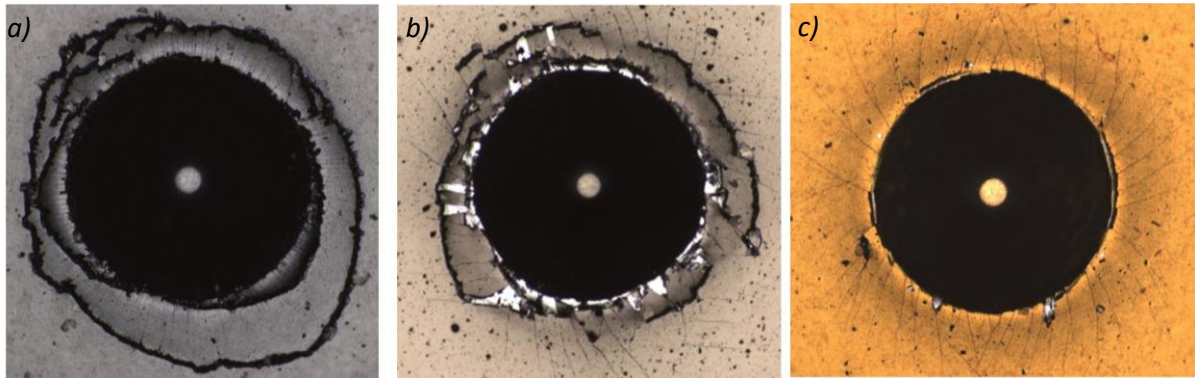
U slučaju ispitivanja adhezije debljih prevlaka (više od 30 µm) ispitivanje adhezije se vrši na poprečnom presku prevlaka/podloga tako što se zaparavanje vrši upravno na međupovršinu. Ispitivanje se vrši sa konstantnim opterećenjima (silama). Takva merenja se vrše na primer kod termalnih barijera.

ROKVEL - HRC TEST

Ovaj test se primenjuje za kvalitativno određivanje adhezije prevlaka (bez brojčane vrednosti). Test se izvodi na konvencionalnom uređaju za određivanje makro tvrdoće tako što se u površinu sa prevlakom vrši utiskivanje Rokvelove C utiskivača sa opterećenjem od 150kg. Nakon utiskivanja vrši se pregled i snimanje otisaka uz pomoć svetlosnog mikroskopa nakon čega se adhezija procenjuje poređenjem sa skalom prikazanoj na slici 5.15. Poređenjem intenziteta oštećenja koja su nastala na ispitivanoj prevlaci sa slikama na skali procenjuje se klasa adhezije prevlaka koja se označava brojevima od 1 do 6, gde manji broj označava bolju adheziju a veći broj slabiju. Označavanje vrednosti adhezije određene uz pomoć HRC testa se vrši tako što se uz broj dopisuje i oznaka HF (primer: adhezija klase HF3). Adhezija prevlaka koja spada u klase od HF1 do HF4 je prihvatljiva dok je adhezija koja spada u klase od HF5 i HF6 je neprihvatljiva vrednost adhezije. Primeri određivanja su prikazani na slici 5.16.



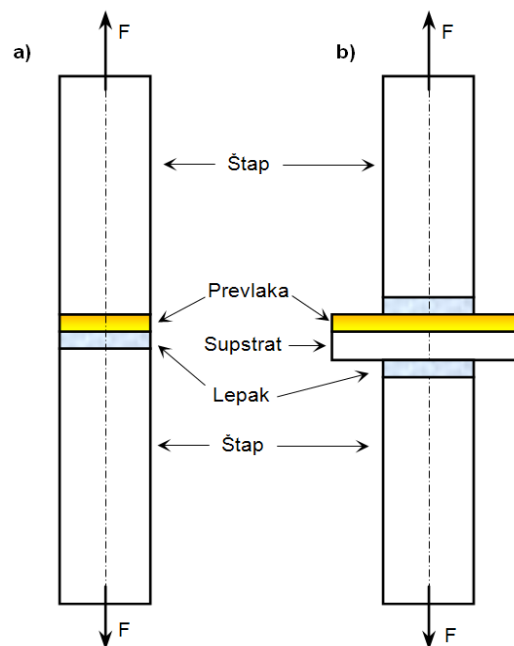
Slika 5.15 Skala za određivanje adhezije prevlaka primenom HRC testa (Rokvel)



Slika 5.16 Primeri otisaka načinjenih u HRC testu na različitim prevlakama: a) TiAlN prevlaka (klasa HF3), b) TiAlN/DLC prevlaka (klasa HF4) c) nanoslojna TiAlN/TiN prevlaka (klasa HF2)

DIREKTNO ODVAJANJE PREVLAKE („PULL-OFF TEST“)

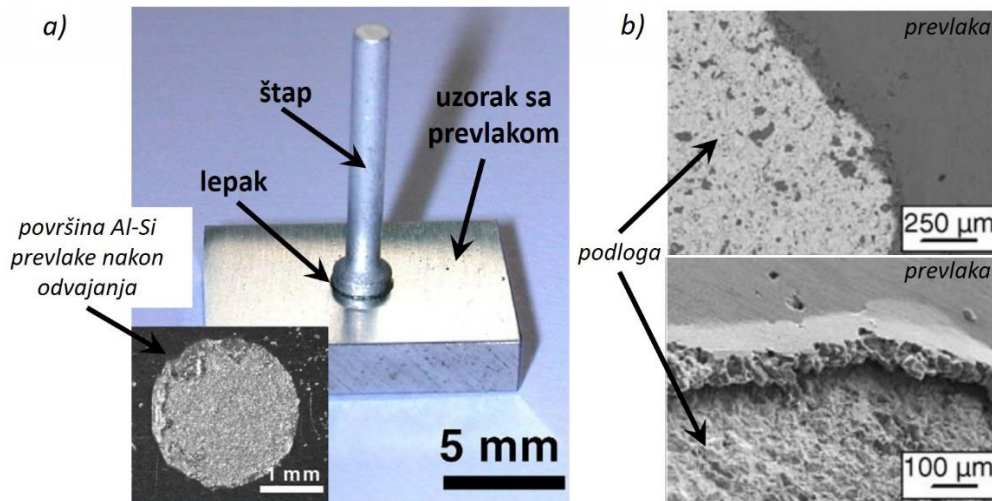
Najjednostavniji metod za ispitivanje adhezije (bazne adhezije) je merenju sile koja je potrebna za odvajanje prevlake sa određene površine. Konkretno se vrši tako što se uzorak sa prevlakom zalepi na neki element kojim izvršiti odvajanje prevlake sa površine na koju je zalepljen. Ispitivanje se može izvršiti na konvencionalnim mašinama za ispitivanje zatezanjem – kidalicama.



Slika 5.17 Ispitivanje direktnim odvajanjem prevlake

Kod ove metode prevlaka se nanosi na jedan štapić, dok je sa drugim vezana epoksidnim lepkom velike adhezije (Slika 5.17a). Druga varijanta je da se po jedan štapić zalepi sa svake strane ispitivanog uzorka (Slika 5.17). Nakon formiranja uzorka na kidalici se vrši odvajanje štapića od uzorka sa prevlakom, odnosno prevlake od podloge. Ovo je metoda kojom se direktno dobija vrednost čvrstoće adhezije. Primer uzorka ispitivanja direktnim odvajanjem je prikazan na slici 5.18a gde se vidi i površina uzorka nakon odvajanja a detalji te površine se mogu videti na slici 5.18b.

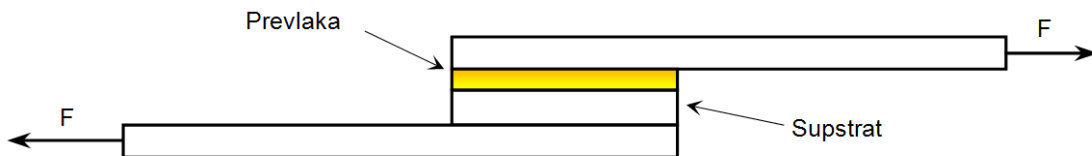
Nedostatak metode je što su vrednosti ispitivane adhezije prevlake i podloge ograničene na adheziju lepka, koja iznosi oko 100 MPa. Zbog toga se ova metoda primenjuje uglavnom kod termalnih barijera koje imaju nešto slabiju adheziju. Dodatan nedostatak je što se lepak mora veoma tačno naneti na ispitivani površinu jer površina koju on prekriva utiče na vrednosti čvrstoće adhezije.



Slika 5.18 a) primer uzorka za test odvajanja Al-Si prevlake dobijene sprejng tehnikom b) detalji na površini uzorka nakon testa

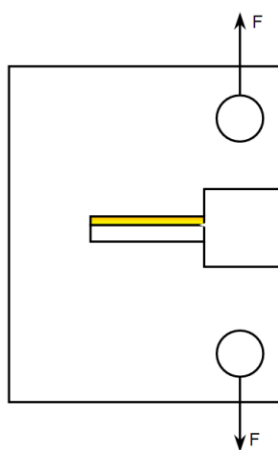
TEST NA SMICANJE („SHEAR TEST”)

Test se u suštini izvodi na isti način kao u prethodnom slučaju samo sa tom razlikom da se prevlaka oprerećuje silama koje deluju paralelno međupovršini sa podlogom odnosno prevlaka je opterećena na smicanje, Slika 5.19. Ova metoda se primenjuje uglavnom kod ispitivanja termalnih barijera a test ima ograničenje u minimalnoj debljini prevlake koje se mogu ispitivati koja iznosi 70 μm.



Slika 5.19 Šema ispitivanja smicanjem

TEST OTVARANJA PRSLINE



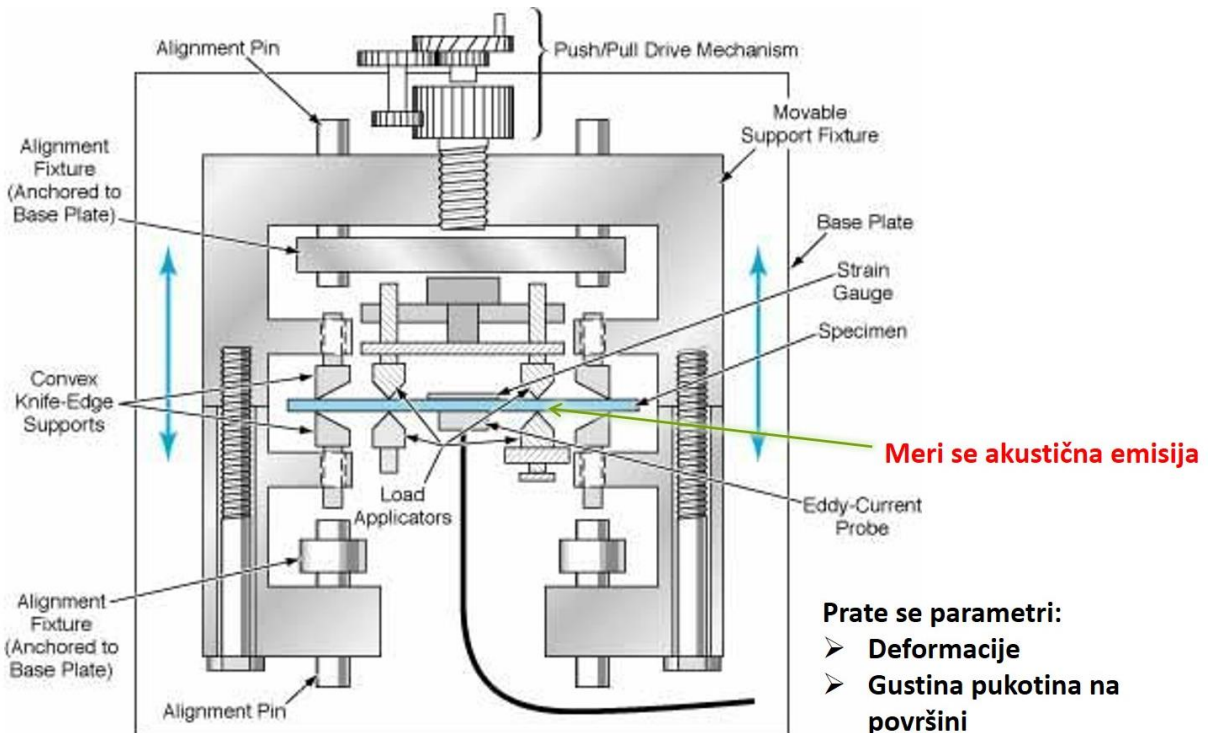
Na interfejsu prevlake i podloge se vrši kontrolisano zasecanje međupovršine prevlake i podloge ili se pre nanošenja prevlake vrši kontrolisana kontaminacija površine koja će poslužiti kao primarna pukotina u ispitivanju, Slika 5.20. U ovom ispitivanju se meri otvaranje pukotin, na osnovu čega se izračunava faktor intenziteta napona (K_{Ic}). Prednost ovog testa je što zbog prisustva inicijalne prsline na međupovršini može da se izvrši ispitivanje adhezije prevlaka koja je veća od čvrstoće lepka koji se koristi za lepljenje uzorka (100 MPa).

Slika 5.20 Ispitivanje adhezije otvaranjem prsline

SAVIJANJE U ČETIRI TAČKE (FOUR-POINT BENDING TEST)

Na slici 5.21 prikazana je šema alata za ispitivanje sa ovom metodom, koje se vrši na presama. Prilikom ovog testa vrši se savijanje uzorka sa prevlakom koji je oslonjen na četiri tačke. U toku testa se meri

opterećenje koje dovodi do nastanka nekih oštećenja na prevlaci koji se beleže merenjem akustične emisije i specijalnim sistemima za detekciju deformacija (piezoelektrični senzori) i nastanka pukotina u prevlaci (vrtložne struje). Određivanjem opterećenja pod kojim nastaje adhezivno odvajanje predstavlja meru adhezije ovom metodom merenja.



Slika 5.21 Izgled uređaja za ispitivanje adhezije filma savijanjem u četiri tačke

POVRŠINSKI AKUSTIČNI TALASI (SURFACE ACOUSTIC WAVES)

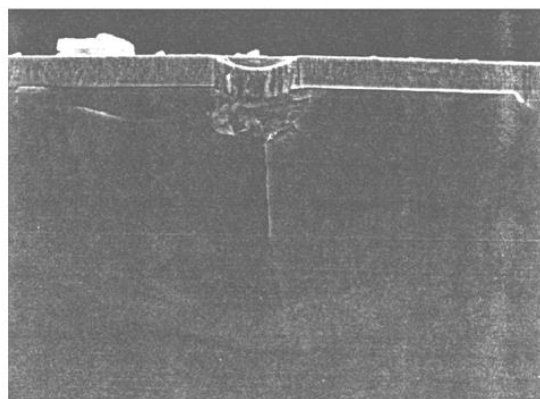
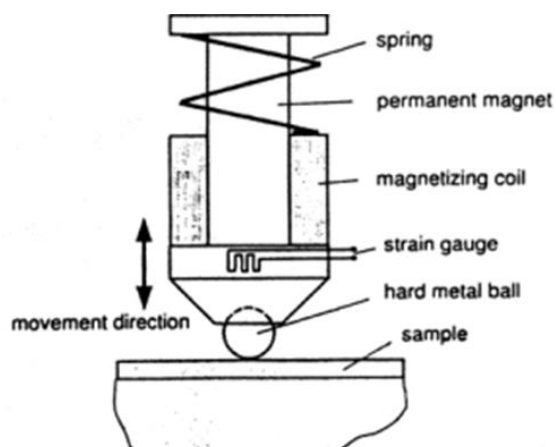
Laserski talasi se usmeravaju na površinu uzorka. Prolazeći u dubinu uzorka njihova amplituda slabi dok se u potpunosti ne upiju u materijal. Ovaj metod služi prvenstveno za određivanje modula elastičnosti (E). Ustanovljeno je da postoji veza između ponašanja modula elastičnosti i adhezije, tako da se posredno može odrediti i adhezija prevlake. Ovaj metod se preporučuje kao postupak bez razaranja za ocenu adhezije prevlake.

ISPITIVANJE LASEROM

Adhezija se može određivati i pulsirajućim laserom. Kada se zadnja strana podloge izloži dejstvu lasera dolazi do naizmenične pojave pritiskih i zateznih opterećenja koja dovode do odvajanja prevlake od podloge. **Adhezija se predstavlja u vidu energije apsorbovane na površini.**

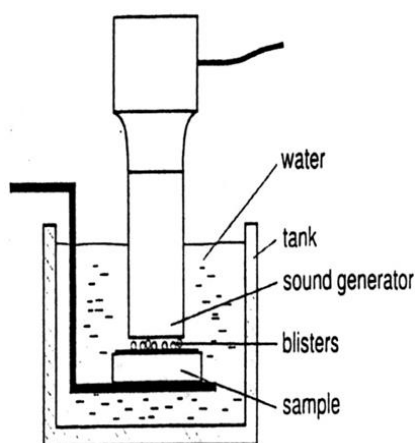
UDARNI TEST (IMPACT TEST)

Kuglica od tvrdog metala ciklično udara o površinu uzorka frekvencijom 0 do 50 Hz i silom udara od 0 do 1500 N, Slika 5.22. Cikličnost udara se ostvaruje elektromagnetom i oprugom, dok se sila udara registruje mernom trakom i prema tome vrši natezanje opruge propuštanjem struje kroz elektromagnet. Ispitivanje se vrši tako što se nakon određenog ciklusa dejstva kuglice na površinu izvrši pregled površine sa nekom tehnikom mikroskopije. Za određivanje adhezije prevlake meri se broj udara do trenutka kada površina više ne pokazuje znake daljeg oštećenja.



Slika 5.22 Šema uređaja za ispitivanje udarnim opterećenjem i primer oštećene prevlake na njenom poprečnom preseku

KAVITACIONI TEST (CAVITATION TEST)

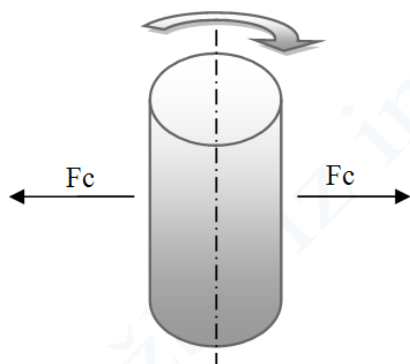


Snažan ultrazvučni izvor stvara gasne mehurove na površini uzorka, koji nestaju veoma velikom brzinom, što izaziva udar tečnosti o površinu, Slika 5.23. Udari fluida deluju kao niz malih prethodno opisanih udarnih testova. Adhezija se određuje kao stepen oštećenja prevlake u zavisnosti od vremena dejstva ultrazvuka određenih talasnih karakteristika.

Slika 5.23 Šema uređaja za ispitivanje adhezije prevlaka kavitacijom

ISPITIVANJE INERCIJALNIM SILAMA

Uzorak na kome je nanešena prevlaka dovodi se u stanje lebdenja uz pomoću elektromagneta, a zatim se vrši njegovo obrtanje, Slika 5.24. Prilikom obrtanja na uzorak deluje centrifugalna inercijalna sila



(F_c). Sa povećanjem brzine okretanja povećava se i centrifugalna sila (F_c) koja deluje na prevlaku. Kada ta sila dostigne silu adhezije dolazi do odvajanja prevlake od podloge.

Ovaj metod je veoma pogodan za ispitivanje bazne adhezije jer na ovaj način mogu da se primene veoma velike sile (centrifugalne) na prevlaku koje će na kraju dovesti do odvajanja. Nedostatak je što je potreban specijalan uređaj za levitiranje i rotaciju uzorka.

Slika 5.24 Šema ispitivanja adhezije prevlaka inercijalnim silama